

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICEJC997 U.S. PTO
10/024471

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日
Date of Application:

2000年12月28日

出願番号
Application Number:

特願2000-401550

出願人
Applicant(s):

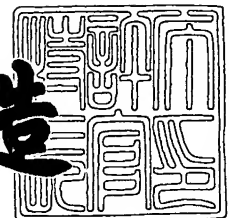
株式会社デンソー
株式会社豊田中央研究所



2001年12月 7日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3106769

【書類名】 特許願

【整理番号】 TIA1839

【提出日】 平成12年12月28日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 29/36

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

 【氏名】 近藤 宏行

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

 【氏名】 廣瀬 富佐雄

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

 【氏名】 小栗 英美

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道4-1番地の1株式会社豊田中央研究所内

 【氏名】 中村 大輔

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道4-1番地の1株式会社豊田中央研究所内

 【氏名】 岡本 篤人

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道4-1番地の1株式会社豊田中央研究所内

 【氏名】 杉山 尚宏

【特許出願人】

 【識別番号】 000004260

 【氏名又は名称】 株式会社デンソー

【代表者】 岡部 弘

【特許出願人】

【識別番号】 000003609

【氏名又は名称】 株式会社豊田中央研究所

【代表者】 高橋 理一

【代理人】

【識別番号】 100067596

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊藤 求馬

【電話番号】 052-683-6066

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006334

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9105118

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法、製造装置および炭化珪素単結晶成長用基板と単結晶の加熱処理方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 容器内に、種結晶となる炭化珪素単結晶基板を配置し、炭化珪素原料を供給して前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

裏面に保護層を設けた前記炭化珪素単結晶基板を、前記容器壁に設けた保持部に非接着で機械的に保持し、前記炭化珪素単結晶基板の表面に前記炭化珪素原料を供給して、該表面上に炭化珪素単結晶を成長させることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 2】 前記炭化珪素単結晶基板の裏面側へ前記炭化珪素原料が侵入しないように、かつ前記炭化珪素単結晶基板と前記保持部との接触面積が最小となるようにこれを保持することを特徴とする請求項 1 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 3】 前記炭化珪素単結晶基板の周縁部のみを保持することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 4】 前記保持部となるフック状部材にて、前記炭化珪素単結晶基板を保持することを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 5】 前記炭化珪素単結晶基板を 1 箇所もしくは複数箇所において保持することを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 6】 多角形状とした前記炭化珪素単結晶基板を用い、その多角形頂点の複数箇所において、該頂点近傍を別個に保持することを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 7】 頂点と対角頂点とを結んだ方向を略<11-20>方向とした六角形からなり面方位が略(0001)面の前記炭化珪素単結晶基板を用い、その六角形頂点の複数箇所において、該頂点近傍を別個に保持することを特徴と

する請求項1乃至5のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項8】 容器内に、種結晶となる炭化珪素単結晶基板を配置し、炭化珪素原料を供給して前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

裏面に保護層を設けた前記炭化珪素単結晶基板の周縁部のみを、前記容器壁に設けた保持部に接着剤で保持し、前記炭化珪素単結晶基板の表面に前記炭化珪素原料を供給して、該表面上に炭化珪素単結晶を成長させることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項9】 前記炭化珪素単結晶基板を、前記炭化珪素単結晶基板裏面の前記保護層とこれに対向する前記容器壁の間に空隙を有して保持することを特徴とする請求項1乃至8のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項10】 前記空隙の間隔を調整するための調整部材を設けることを特徴とする請求項9に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項11】 前記炭化珪素単結晶基板裏面の前記保護層に対向して、前記保持部とは熱伝導率が異なる材質よりなる温度分布調節部材を設け、前記温度調節部材によって、前記炭化珪素単結晶基板の温度分布を調節することを特徴とする請求項1乃至10のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項12】 前記容器壁に設けた開口部内にまたは開口部を閉鎖するよう前記炭化珪素単結晶基板を保持し、前記炭化珪素単結晶基板の裏面側を外部空間に露出させることを特徴とする請求項1乃至8のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項13】 前記保護層が、炭素層、高融点金属炭化物層、炭化珪素エピタキシャル層、炭化珪素多結晶層、炭化珪素アモルファス層またはそれらの多層膜で形成されていることを特徴とする請求項1乃至12のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項14】 前記保護層が炭素層で形成されており、前記炭化珪素単結晶基板裏面の温度を前記炭素層を介して放射温度計にて温度モニタリングし、成長中の前記炭化珪素単結晶基板裏面の温度をフィードバック制御することを特徴とする請求項1乃至8および12、13のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶

の製造方法。

【請求項 15】 裏面に前記保護層を設けた前記炭化珪素単結晶基板が、表面に被保持面と成長面を有し、前記成長面が前記被保持面より前記炭化珪素原料の供給源側に突出していることを特徴とする請求項 1 乃至 14 のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 16】 裏面に微小開口を有する前記炭化珪素単結晶基板の、前記微小開口を閉塞させた後に前記保護層を設け、もしくは前記保護層により前記微小開口を閉塞させた後に、前記炭化珪素単結晶基板の表面に単結晶を成長させることを特徴とする請求項 1 乃至 15 のいずれか一つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 17】 容器内に、種結晶となる炭化珪素単結晶基板を配置し、炭化珪素原料を供給して前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、裏面に保護層を設けた炭化珪素単結晶基板を、前記容器壁に設けた開口部内にまたは開口部を閉鎖するように配置して、該開口部に設置した保持部にて保持するとともに、前記開口部を前記保護層との間に空隙を有して閉鎖し、かつ前記空隙の間隔を調整する蓋状の調整部材を備えることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 18】 容器内に、種結晶となる炭化珪素単結晶基板を配置し、炭化珪素原料を供給して前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、裏面に保護層を設けた炭化珪素単結晶基板を、前記容器壁に設けた開口部内にまたは開口部を閉鎖するように配置して、該開口部に設置した保持部にて保持し、前記保護層を外部空間に露出させたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 19】 種結晶となる炭化珪素単結晶基板とその裏面に設けた保護層を備え、前記炭化珪素単結晶基板の表面が、被保持面と該被保持面に比べて凸部にある成長面とを有している炭化珪素単結晶成長用基板。

【請求項 20】 容器内に、種結晶となる単結晶基板を配置し、成長しようとする単結晶の原料を供給して前記単結晶基板上に単結晶を成長させる単結晶の製造方法において、

裏面に保護層を設けた前記単結晶基板を、前記容器壁に設けた保持部に非接着で機械的に保持し、もしくは前記保持部に周縁部のみを接着させて保持して、前記単結晶基板の表面に前記原料を供給して、該表面上に単結晶を成長させることを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項21】 容器内に配置した単結晶基板を加熱処理する方法において、裏面に保護層を設けた前記単結晶基板を、前記容器壁に設けた保持部に非接着で機械的に保持し、この状態で加熱処理することを特徴とする単結晶の加熱処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体装置や発光ダイオードなどの構成材料に利用することができる炭化珪素（SiC）単結晶の製造方法及びその製造装置に関する。また、SiC単結晶を成長させるためのSiC成長用基板、SiC単結晶の加熱処理方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、SiC単結晶を成長させる方法として、昇華再結晶法が広く用いられている。この昇華再結晶法は、黒鉛製るつぼ内に配置した黒鉛台座に種結晶を接合固定すると共に、るつぼ底部に配したSiC原料を加熱昇華させ、その昇華ガスを種結晶に供給することによって種結晶上にSiC単結晶を成長させるものである。

【0003】

このような昇華再結晶法を用いたSiC単結晶の製造において問題となっているのは、種結晶と台座との界面から発生する大きな欠陥（マクロ欠陥）である。マクロ欠陥は、種結晶と台座を接合する際に両者の間に隙間が存在すると、種結晶から外部への物質輸送が起こり、生じた空間内で昇華、再結晶化することによって生じる。このマクロ欠陥の存在により、長尺のSiC単結晶を得ても、実用可能なSiCウェハを多数枚切り出すことが困難となるばかりでなく、マクロ欠

陥を起点にマイクロパイプと呼ばれる中空貫通欠陥を誘発するおそれがある。このため、高品質 SiC 単結晶を広い面積で得ることは極めて困難であるという問題がある。

【0004】

これに対し、例えば、特開平 9-268096 号公報には、昇華再結晶法において用いる種結晶の、単結晶が成長する面以外の面（種結晶裏面）を、単結晶成長条件において安定な物質よりなる保護層で被覆した上で、台座に接合することにより、マクロ欠陥を抑制することが記載されている。また、特開平 9-110584 号公報には、種結晶と台座の間に炭化層を介在させて両者を結合させることにより、種結晶の面内温度分布を均一にする方法が記載されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、図 9 に示すように、炭化珪素原料粉末 2 を充填したるつぼ 1 内に種結晶 3 を配置し、裏面に設けた保護層 5 側の全面を、台座となるるつぼ 1 の頂面中央部に接着剤 6 で固定した場合、接着剤 6 の厚さむらや台座と保護層 5 が不均一に接してしまうなどの理由から、固定した面内で局所的な温度分布が生じる。その結果、保護層 5 が破損または保護機能が劣化し、成長する炭化珪素単結晶 4 の内部へ至るマクロ欠陥 16 が発生してしまうという問題があることが判明した。

【0006】

本発明は上記点に鑑みて、マクロ欠陥の発生を確実に抑制できるようにし、高品質、長尺の SiC 単結晶が製造できるようにすることを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成すべく、本発明者らは以下の検討を行なった。

上記問題は、種結晶裏面に設けた保護層を介して種結晶裏面全面を台座に接着剤で固定した場合、接着剤の厚さむらや台座と保護層が不均一に接してしまうなどの理由から、固定した面内で局所的な温度分布が生じるため、保護層が破損または保護機能が劣化することが原因となってマクロ欠陥が発生すると考えられる

。このため、保護層を破損しないようにすれば、上記問題を解決することができると言える。

【0008】

そこで、本発明者らは、成長中に種結晶裏面の保護層が破損しないように機械的に、すなわち接着剤を用いずに種結晶を保持し、もしくは接着剤を用いた場合は周縁部でのみ種結晶を保持した状態で単結晶を成長させることで、マクロ欠陥の発生を抑制できることを見出した。

【0009】

そこで、上記目的を達成するため、請求項1に記載の発明では、容器(1)内に、SiC単結晶基板からなるSiC種結晶(3)を配置し、SiC原料(2)を供給してSiC種結晶(3)上にSiC単結晶(4)を成長させるSiC単結晶の製造方法において、SiC種結晶裏面に保護層(5)を設け、SiC種結晶(3)を保持部(1d)を備える保持材(1b)により非接着で機械的に保持し、SiC種結晶(3)表面上にSiC単結晶(4)を成長させることを特徴としている。

【0010】

このように、種結晶(3)裏面に保護層(5)を設け、種結晶(3)を機械的に保持することにより、接着剤を用いて保持した場合の貼り付けむら等により保護層(5)に局所的な温度分布による余分な応力が加わらないので、保護層(5)を破損することなくマクロ欠陥の発生を抑制できる。

【0011】

請求項2に記載の発明では、前記請求項1の製造方法において、保護層(5)を設けたSiC種結晶(3)の裏面側へ原料(2)が侵入しないように、かつSiC種結晶(3)と保持部(1d)との接触面積が最小となるように種結晶(3)を保持することを特徴としている。

【0012】

このように、種結晶(3)裏面側へのSiCの堆積を抑制し、種結晶(3)を保持できる最小の面積で保持することにより、結晶成長時の口径拡大をさほど妨げずに、より効果的にマクロ欠陥の発生を抑制できる。

【0013】

請求項3に記載の発明においては、裏面に保護層(5)を設けた種結晶(3)の周縁部のみを保持してSiC単結晶(4)を成長させることを特徴としている。

【0014】

このように、種結晶(3)周縁部のみ固定すれば、周縁部以外ではマクロ欠陥の発生を抑制できるので、広い面積で高品質のSiC単結晶(4)が得られる。

【0015】

請求項4に記載の発明においては、裏面に保護層(5)を設けた種結晶(3)を、保持部となるフック状部材(7)により機械的に保持してSiC単結晶を成長させることを特徴としている。

【0016】

このように、具体的には、種結晶(3)をフック状部材(7)で保持することにより、請求項1と同様の効果が得られる。

【0017】

請求項5に記載の発明においては、裏面に保護層(5)を設けた種結晶(3)を、保持部(1d)またはフック状部材(7)により機械的に1箇所もしくは複数箇所において保持することを特徴としている。

【0018】

このように、種結晶(3)を例えば3箇所別個に保持することで、マクロ欠陥の発生を抑制でき請求項1と同様の効果が得られる。

【0019】

請求項6に記載の発明においては、多角形状とした種結晶(3)を用い、その多角形頂点の複数箇所において、該頂点近傍をフック状部材(7)等により機械的に保持してSiC単結晶(4)を成長させることを特徴としている。

【0020】

このように、多角形からなる種結晶(3)の頂点近傍を複数箇所別個に保持することでマクロ欠陥の発生を抑制でき、成長結晶から丸型SiCウェハを切り出すときに効率よく切り出すことが可能となり大口径SiC単結晶を得ることがで

きる。

【0021】

請求項7に記載の発明においては、頂点と対角頂点を結んだ方向を $\langle 11-20 \rangle$ 方向とした六角形からなり面方位が(0001)面の種結晶(3)を用い、その六角形頂点の複数箇所において、該頂点近傍をフック状部材(7)等により機械的に保持してSiC単結晶(4)を成長させることを特徴としている。

【0022】

このように、頂点と対角頂点を結んだ方向を $\langle 11-20 \rangle$ 方向とした六角形からなる種結晶の頂点近傍を例えば3箇所保持することで、拡大方向成長速度の最も大きい頂点近傍の3箇所以外では欠陥の発生を抑制でき、成長結晶から丸型SiCウェハを切り出すときに請求項6に記載の発明以上に効率よく切り出すことが可能となり大口径SiC単結晶を得ることができる。

【0023】

請求項8に記載の発明においては、種結晶(3)裏面に保護層(5)を設け、種結晶(3)周縁部のみを、容器(1)の保持部(1d)に接着剤(6)で保持して、SiC種結晶(3)表面上にSiC単結晶(4)を成長させることを特徴としている。

【0024】

このように、種結晶周縁部のみ固定しても周縁部以外では、マクロ欠陥の発生を抑制でき、請求項1と同様の効果が得られる。

【0025】

請求項9に記載の発明においては、SiC種結晶(3)裏面に設けた保護層(5)と、これに対向する容器(1)壁との間に空隙を有して保持することを特徴としている。

【0026】

このように、空隙を設けることによって、保護層(5)に局所的な温度分布による余分な応力が加わらないので、保護層(5)を破損することなくマクロ欠陥の発生を抑制できる。

【0027】

請求項 1 0 に記載の発明においては、S i C 種結晶 (3) の保護層 (5) の裏面側に設けた空隙の間隔を調整できるように、調整部材として蓋状部材 (1 c) を備えることを特徴としている。

【 0 0 2 8 】

このように空隙の間隔を調節できるようにすることによって、結晶の成長速度を制御できマクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位の S i C 単結晶を得ることができる。

【 0 0 2 9 】

請求項 1 1 に記載の発明においては、S i C 種結晶 (3) の保護層 (5) に対向して、温度分布調節部材として蓋状部材 (1 c) を設け、蓋状部材 (1 c) の材質に熱伝導率が保持部 (1 d) を備える種結晶保持材 (1 b) のそれとは異なるものを用いることによって、種結晶の温度分布を調節することを特徴としている。

【 0 0 3 0 】

このように温度分布調節部材となる蓋状部材 (1 c) の熱伝導率を種結晶保持材 (1 b) と保持部 (1 d) のそれよりも大きくすることによって、結晶の温度分布の調節が容易にでき、マクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位の S i C 単結晶を得ることができる。

【 0 0 3 1 】

請求項 1 2 に記載の発明においては、S i C 種結晶 (3) 裏面に保護層 (5) を設けて、容器 (1) 壁に設けた開口部内にまたは開口部を閉鎖するように保持し、S i C 種結晶 (3) の裏面側を外部空間に露出させることを特徴としている。

【 0 0 3 2 】

このように、S i C 種結晶 (3) の裏面に空間を設けることによって、保護層 (5) に局所的な温度分布による余分な応力が加わらないので、保護層 (5) を破損することなくマクロ欠陥の発生を抑制できる。

【 0 0 3 3 】

請求項 1 3 に記載の発明においては、S i C 種結晶 (3) 裏面の保護層 (5)

は、具体的には炭素層、もしくは高融点金属の炭化物層、炭化珪素エピタキシャル層、炭化珪素多結晶層、炭化珪素アモルファス層またはそれらの多層膜であることを特徴としている。

【 0 0 3 4 】

このように、SiC種結晶(3)裏面に炭素層もしくは高融点金属の炭化物、具体的にはTaC、WC、MoC、TiC等、または、炭化珪素からなるエピタキシャル層、多結晶層の緻密な層を設けると、SiC種結晶(3)裏面を保護する効果が高く、成長中にこれら保護層(5)が破損することなく、マクロ欠陥の発生を抑制できる。

【 0 0 3 5 】

請求項14に記載の発明においては、保護層(5)は具体的には炭素層で形成されており、SiC種結晶(3)裏面の温度を炭素層を介して放射温度計にて直接温度モニタリングし、成長中のSiC種結晶(3)裏面の温度をフィードバック制御することを特徴としている。

【 0 0 3 6 】

このように保護層(5)が炭素層で形成されていれば、放射温度計にて直接温度モニタリングをすることが可能となる。放射温度計は炭素を安定にモニタリングできるので(他の物質は常に放射率に変化し、安定なモニタリングが不可能である)、成長中のSiC種結晶(3)裏面の温度をフィードバック制御することで、結晶の成長速度を確実に制御できマクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位のSiC単結晶を得ることができる。

【 0 0 3 7 】

請求項15に記載の発明においては、SiC種結晶(3)裏面に保護層(5)を設け、SiC単結晶基板表面は被保持面(3a)と成長面(3b)を有し、成長面(3b)が被保持面(3a)よりSiC原料(2)側に突出していることを特徴としている。

【 0 0 3 8 】

このように凹部にある被保持面(3a)を保持し、凸部にある成長面(3b)表面を保持材(1b)よりSiC原料(2)側に突出させることにより、保持材

と SiC 単結晶が合体して成長することを防止するので口径拡大が容易となり、マクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位の SiC 単結晶を得ることができる。

【0039】

請求項 16 に記載の発明においては、裏面に微小開口（14）を有する SiC 種結晶（3）を用い、その微小開口（14）を閉塞させた後に保護層（5）を設け、もしくは保護層（5）により微小開口（14）を閉塞させた後に、炭化珪素種結晶（3）の表面に単結晶を成長させることを特徴としている。

【0040】

このように、種結晶（3）が裏面に微小開口（14）を有する場合には、微小開口（14）を SiC 等の閉塞物質で閉塞させるか、あるいは保護層（5）の形成によって閉塞してから、単結晶を成長させることが望ましく、微小開口（14）に起因する欠陥等の発生を抑制し、高品質の単結晶を得ることができる。

【0041】

請求項 17 に記載の発明においては、容器（1）内に、SiC 単結晶基板からなる SiC 種結晶（3）を配置し、SiC 原料（2）を供給して SiC 種結晶（3）上に SiC 単結晶（4）を成長させる SiC 単結晶の製造装置において、SiC 種結晶裏面に保護層（5）を設け、これを容器（1）壁となる保持材（1b）に設けた開口部内にまたは開口部を閉鎖するように配置して、該開口部に設置した保持部（1d）にて保持する。さらに、この開口部を保護層（5）との間に空隙を有して閉鎖し、かつ前記空隙の間隔を調整する蓋状の調整部材（1c）を備えることを特徴としている。

【0042】

このように空隙の間隔を調節できるようにすることによって、結晶の成長速度を制御できマクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位の SiC 単結晶を得ることができる。

【0043】

請求項 18 に記載の発明においては、容器（1）内に、SiC 単結晶基板からなる SiC 種結晶（3）を配置し、SiC 原料（2）を供給して SiC 種結晶（3）上に SiC 単結晶（4）を成長させる SiC 単結晶の製造装置において、S

i C種結晶裏面に保護層（5）を設け、これを容器（1）壁となる保持材（1 b）に設けた開口部内にまたは開口部を閉鎖するように配置して、S i C種結晶裏面の保護層（5）を外部空間に露出させることを特徴としている。

【0044】

このように保護層（5）の裏面側に空間を設けることで、放射温度計にて直接温度モニタリングをすることが可能となり、成長中のS i C種結晶（3）裏面の温度をフィードバック制御することで、結晶の成長速度を確実に制御できマクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位のS i C単結晶を得ることができる。

【0045】

請求項19に記載の発明は、S i C単結晶成長用に用いられる基板の発明であり、S i C種結晶（3）とその裏面に設けた保護層（5）を備え、S i C単結晶基板表面は被保持面（3 a）と該被保持面（3 a）に比べて凸部にある成長面（3 b）を有していることを特徴としている。

【0046】

このようにS i C種結晶表面形状が凸状形状を有し、その突出部を成長面（3 b）とすることで、マクロ欠陥の発生を抑制しつつ、成長したS i C単結晶から効率よくS i Cウエハを得ることができる。

【0047】

請求項20に記載の発明は、容器（1）内に、種結晶となる単結晶基板（3）を配置し、成長しようとする単結晶の原料（2）を供給して前記単結晶基板（3）上に単結晶を成長させる単結晶の製造方法において、

裏面に保護層（5）を設けた前記単結晶基板（3）を、前記容器（1）壁に設けた保持部（1 d）に非接着で機械的に保持し、もしくは前記保持部（1 d）に周縁部のみを接着させて保持して、前記単結晶基板（3）の表面に前記原料（2）を供給して、該表面上に単結晶（4）を成長させることを特徴としている。

【0048】

このように、炭化珪素単結晶を成長させる場合に限らず、炭化珪素以外の単結晶を成長させる場合に、本発明方法を用いることで、マクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位の単結晶を得る同様の効果が得られる。

【0049】

請求項21に記載の発明は、容器(1)内に配置した単結晶基板(3)を加熱処理する方法において、裏面に保護層(5)を設けた単結晶基板(3)を、容器(1)壁に設けた保持部(1d)に非接着で機械的に保持し、この状態で加熱処理することを特徴とする。

【0050】

このように、炭化珪素単結晶を成長させる場合に限らず、単結晶基板を加熱処理する場合に、本発明方法を用いることもできる。そして、単結晶基板(3)裏面に保護層(5)を設け、これを機械的に保持することにより、保護層(5)の破損や欠陥を発生させることなく加熱処理することができる。

【0051】

【発明の実施の形態】

(第1実施形態)

図1に本発明の第1実施形態で用いる結晶成長装置を示す。図1(a)において、この結晶成長装置の容器として用いられる黒鉛製のつぼ1は、黒鉛製のつぼ1の底部に備えられたSiC原料粉末(SiC原料)2を熱処理によって昇華させ、SiC単結晶基板からなるSiC種結晶3上にSiC単結晶4を結晶成長させるものである。

【0052】

この黒鉛製のつぼ1は、上面が開口している略円筒状のるつぼ本体1aと、SiC種結晶3を保持するための種結晶保持材1bとるつぼ本体1aと種結晶保持材1bの開口部を塞ぐ蓋状部材(以下、蓋材と略称する)1cとを備えて構成されている。るつぼ本体1aの上面開口に覆着される種結晶保持材1bは、中央に開口部を有し、開口部内周縁よりるつぼ1内に筒状に突出し、突出端が径方向内方にL字形に屈曲する保持部1dを備えている。SiC種結晶3は、種結晶保持材1bの開口部内に上方から挿通配置され、保持部1dのリング状の屈曲端部上に支持されている(図1(b))。

【0053】

この時、保持部1dは、SiC種結晶3の表面に当接するリング状部の面積が

保持するために必要な最小限の面積となるように設計され、成長する単結晶4の口径拡大が妨げられないようにする。また、筒状の保持部1dの内径をSiC種結晶3の外径とほぼ同径として、SiC種結晶3の外周を取り囲むことにより、保持部1d内に、SiC原料ガスが侵入しないようにしている。

【0054】

SiC種結晶3の裏面にはあらかじめ保護層5、具体的には炭素層が設けられている。炭素層は、例えばレジスト炭化層、スパッタ層、蒸着層等が用いられる。保護層5としては、その他、高融点金属の炭化物層、具体的にはTaC、WC、MoC、TiC等や、もしくは炭化珪素からなるエピタキシャル層、多結晶層、アモルファス層のような緻密な層を用いることができる。またはそれらの多層膜を用いることもできる。このような保護層5を設けることにより、成長中にSiC種結晶3裏面を保護することができる。

【0055】

種結晶保持材1bの開口部は、蓋材1cによって閉鎖されている。この時、蓋材1cは保護層5との間に間隙を有して配置され、この間隙の間隔を調整する調整部材として機能する。蓋材1cを保護層5との間に間隙を有することで、保護層5に局所的な温度分布が生じにくくなり、また、間隔を最適に設定することで、成長速度等を制御できる。さらに、蓋材1cは、種結晶保持材1bより熱伝導率の大きい材質で構成されており、SiC種結晶3の温度分布を調節する温度分布調節部材としての機能も有する。具体的には、蓋材1cは熱伝導率の大きいことから、放熱板としてSiC種結晶3の温度を低く保ち、局所的な温度分布が生じるのを防止する。SiC種結晶3と蓋材1cの間隔は、ここでは、およそ70 μm としてある。

【0056】

なお、図示しないが、黒鉛製のつぼ1は、アルゴンガスが導入できる真空容器の中で加熱装置により、加熱できるようになっており、例えば、この加熱装置のパワーを調節することによって種結晶であるSiC種結晶3の温度がSiC原料粉末2の温度よりも100℃程度低温に保たれるようにすることができる。

【0057】

このように構成された結晶成長装置を用いたSiC単結晶の製造工程について説明する。

まず、SiC原料粉末2の温度を2000～2500℃に加熱する。そして、加熱装置の調節等により、SiC種結晶3の温度がSiC原料粉末2の温度よりも低くなるように、黒鉛製るつぼ1内に温度勾配を設ける。次に、黒鉛製るつぼ1内の圧力を13.3Pa～26.7kPaとして、昇華法成長を開始すると、SiC原料粉末2が昇華して昇華ガスとなり、SiC種結晶3に到達し、SiC原料粉末2側よりも相対的に低温となるSiC種結晶3の表面上にSiC単結晶4が成長する。

【0058】

その際、SiC種結晶3の最小限の面積を種結晶保持材1bにより保持しているので、SiC単結晶4の口径拡大はさほど妨げられず、SiC種結晶裏面の保護層は破損することなくマクロ欠陥を抑制できるので、SiC単結晶4を確実に高品質、長尺に形成することができる。

【0059】

(第2実施形態)

図2に、本発明の第2実施形態で用いる結晶成長装置を示す。以下、図2に基づいて本実施形態におけるSiC単結晶の製造について説明するが、装置構成及びSiC単結晶の製造工程については第1実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0060】

本実施形態では、SiC種結晶3の数箇所のみを保持部となるフック状部材7で保持するように構成されている。フック状部材7は、種結晶保持材1bの開口部内周縁の数箇所(図2(b)では4箇所)に固定され、SiC種結晶3の表面の数箇所に当接保持している。この構成においても、SiC種結晶3は、種結晶保持材1bの開口部内に保持されるので、SiC種結晶3の裏面側にSiC原料の昇華ガスが侵入することはない。

【0061】

本実施形態では、SiC種結晶3の表面周縁部の数箇所のみを保持しており、

保持部となるフック状部材 7 との接触面積はごく小さい。よって、SiC 単結晶 4 の口径拡大はさほど妨げられず、SiC 種結晶 3 裏面の保護層 5 は破損することなくマクロ欠陥を抑制できるので、SiC 単結晶 4 を確実に高品質、長尺に形成することができる。

【0062】

(第3実施形態)

図3に、本発明の第3実施形態で用いる結晶成長装置を示す。以下、図3に基づいて本実施形態におけるSiC単結晶の製造について説明するが、装置構成及びSiC単結晶の製造工程については第1実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0063】

本実施形態では頂点と対角頂点を結んだ方向を $\langle 11-20 \rangle$ 方向(図3(b)の矢印の方向)とした六角形からなるSiC種結晶3の頂点近傍の3箇所のみをフック状部材7で保持するように構成されている。種結晶3表面の面方位は $\{0001\}$ 面とする。拡大方向成長速度の最も大きい頂点近傍の3箇所のみを保持しているのでSiC単結晶4の口径拡大はさほど妨げられず、SiC種結晶裏面の保護層5は破損することなくマクロ欠陥を抑制できるので、SiC単結晶4を確実に高品質、長尺に形成することができる。さらに、多角形の成長結晶から丸型SiCウェハを切り出すときに効率よく切り出すことが可能となり、大口径SiC単結晶を得ることができる。

【0064】

(第4実施形態)

図4に、本発明の第4実施形態で用いる結晶成長装置を示す。以下、図4に基づいて本実施形態におけるSiC単結晶の製造について説明するが、装置構成及びSiC単結晶の製造工程については第1実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0065】

本実施形態では、SiC種結晶3の裏面周縁部のみを接着剤6を介して種結晶保持材1bの内周縁より下方に突出する筒状保持部1dで保持固定するように構

成されている。なお、本実施形態では、保持部 1 d の突出端を L 字に屈曲させず、突出端面に SiC 種結晶 3 の裏面を接着する。このようにすれば、表面全面が SiC 単結晶 4 の成長面となり、また接着剤 6 との接着面積が小さくかつ周縁部のみであるので、SiC 単結晶 4 は口径拡大しながら、SiC 種結晶 3 裏面の保護層 5 は破損することなくマクロ欠陥を抑制できる。よって、SiC 単結晶 4 を確実に高品質、長尺に形成することができる。

【0066】

(第 5 実施形態)

図 5 に、本発明の第 5 実施形態で用いる結晶成長装置を示す。以下、図 5 に基づいて本実施形態における SiC 単結晶の製造について説明するが、装置構成及び SiC 単結晶の製造工程については第 3 実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0067】

本実施形態では、SiC 種結晶 3 の周囲を接着剤 6 を介して種結晶保持材 1 b の内周縁に設けた筒状保持部 1 d で保持するように構成されている。このようにすれば、SiC 単結晶 4 は口径拡大しながら、SiC 種結晶 3 裏面の保護層 5 は破損することなくマクロ欠陥を抑制できるので、SiC 単結晶 4 を確実に高品質、長尺に形成することができる。

【0068】

(第 6 実施形態)

図 6 に、本発明の第 6 実施形態で用いる結晶成長装置を示す。以下、図 6 に基づいて本実施形態における SiC 単結晶の製造について説明するが、装置構成及び SiC 単結晶の製造工程については第 1 実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0069】

本実施形態では、SiC 単結晶基板よりなる SiC 種結晶 3 を下方に凸となる形状としており、SiC 種結晶 3 は、周縁部表面を保持部 1 d に保持される被保持面 3 a、これより SiC 原料 2 側に突出する中央部表面を成長面 3 b としている。すなわち、成長面 3 b は被保持面 3 a に比べて凸部にあり、保持部 1 d に当

接することはない。また、保持部1dは外周壁を下方に向けて縮径する逆テーパ状に形成してあって、このテーパ面上に（これと垂直な方向に）堆積するSiC多結晶11が、成長するSiC単結晶4の成長を阻害しないようにしている。なお、種結晶保持材1bは、図6（b）のように二分割構造としてあり、半円形状とした上面がSiC種結晶3上方を覆っているため、蓋材1cは設けていない。

【0070】

このようにすれば、SiC種結晶3は被保持面3aでのみ保持され、これよりSiC原料2側に突出する成長面3b上でのSiC単結晶4の成長を阻害しないので、SiC単結晶4は口径拡大しながら、SiC種結晶裏面の保護層5は破損することなくマクロ欠陥を抑制できる。よって、SiC単結晶4を確実に高品質、長尺に形成することができる。

【0071】

（第7実施形態）

図7に、本発明の第7実施形態で用いる結晶成長装置を示す。以下、図7に基づいて本実施形態におけるSiC単結晶の製造について説明するが、装置構成及びSiC単結晶の製造工程については第1実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0072】

本実施形態では、保護層5は炭素層で形成されており、種結晶保持材1bの開口部を塞ぐ蓋材1cを用いずに、SiC種結晶3裏面を保護層5である炭素層を介して放射温度計12にて温度モニタリングし、成長中のSiC種結晶3裏面の温度を温度制御装置13でフィードバック制御しながら成長を行った。保護層5が炭素層で形成されていれば、放射温度計12は炭素を安定にモニタリングできるので、放射温度計12にて直接温度モニタリングをすることが可能となる（他の物質は、このような高温条件では常に放射率が変化し、安定なモニタリングが不可能である）。このようにすれば、成長中のSiC種結晶3裏面の温度をフィードバック制御することで、結晶の成長速度を確実に制御できマクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位のSiC単結晶を得ることができる。

【0073】

(第8実施形態)

図8に、本発明の第8実施形態で用いる種結晶3と結晶成長装置を示す。以下、図8に基づいて本実施形態におけるSiC単結晶の製造について説明するが、装置構成及びSiC単結晶の製造工程については第1実施形態とほぼ同様であるため、異なる点についてのみ説明する。

【0074】

本実施形態では、図8(a)のように、裏面に微小開口14を有する種結晶3を用い、その裏面を閉塞物質15で閉塞した後、保護層5を形成する。閉塞物質15としては、具体的には炭素スパッタ膜が用いられ、これを裏面全面に形成して微小開口14を完全に閉塞した後、その上に保護層5を設ける。これにより実質的に裏面に微小開口14を有さず、かつ保護層5で保護された種結晶3が得られ、これを、第1実施形態と同様の保持部1dにて保持し(図8(b))、SiC単結晶4を成長させることで、マクロ欠陥の発生を抑制しつつ、高品位のSiC単結晶を得ることができる。

【0075】

なお、保護層5を形成するのと同時に微小開口14を閉塞可能であれば、閉塞物質15の層を形成する工程は省略することもできる。また、閉塞物質15としては、その他、SiC、炭素層、もしくは高融点金属の炭化物からなるエピタキシャル膜、スパッタ膜、真空蒸着膜等を使用してもよい。また、微小開口14の閉塞工程として、微小開口14を炭素粒子によって埋める工程を行ってもよい。

【0076】

(他の実施形態)

上記実施形態で示したSiC原料粉末2は、シランガスやプロパンガス等のSiCを形成可能な気体原料でもよい。また、上記実施形態で示したSiC種結晶3と蓋材1cの間隔は70 μ mにとられるものではなく、数 μ m以上あればよい。さらに、上記各実施形態では、SiC単結晶を昇華法で製造する場合について説明したが、昇華法に限らず、液相成長、固相成長、エピタキシャル成長等においても有効である。また、本発明に基づいて製造可能な単結晶は、SiC単結晶に限らず、成長温度において高い蒸気圧(1mTorr以上)を持つ物質にお

いて同様の効果が得られる。また、単結晶を製造する場合の他、単結晶基板を加熱処理する場合に適用することもできる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

(a) は本発明の第1実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のA-A線断面図である。

【図2】

(a) は本発明の第2実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のB-B線断面図である。

【図3】

(a) は本発明の第3実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のC-C線断面図である。

【図4】

(a) は本発明の第4実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のD-D線断面図である。

【図5】

(a) は本発明の第5実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のE-E線断面図である。

【図6】

(a) は本発明の第6実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のF-F線断面図である。

【図7】

(a) は本発明の第7実施形態における結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のG-G線断面図である。

【図8】

(a) は本発明の第8実施形態における種結晶の微小開口の閉塞方法を説明するための図、(b) は結晶成長装置の構成を示す図である。

【図9】

(a) は従来の結晶成長装置の構成を示す図、(b) は(a)のH-H線断面

図である。

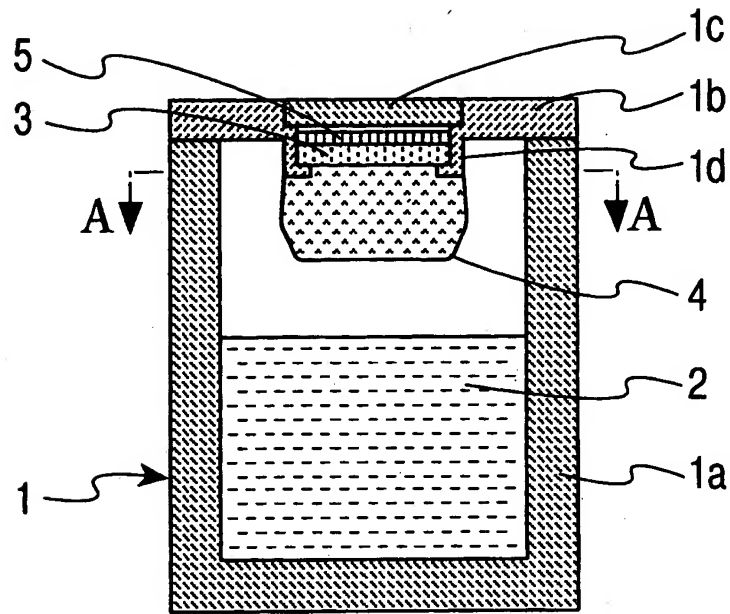
【符号の説明】

- 1 るつぽ（容器）
 - 1 a 容器本体
 - 1 b 種結晶保持材
 - 1 c 蓋材（蓋状部材、調整部材、温度分布調節部材）
 - 1 d 保持部
- 2 SiC原料粉末（炭化珪素原料）
- 3 SiC種結晶（炭化珪素単結晶基板）
 - 3 a 被保持面
 - 3 b 成長面
- 5 保護層
- 6 接着剤
- 7 フック状部材（保持部）
 - 1 1 炭化珪素多結晶
 - 1 2 放射温度計
 - 1 3 温度制御装置
 - 1 4 微小開口
 - 1 5 閉塞物質
 - 1 6 マクロ欠陥

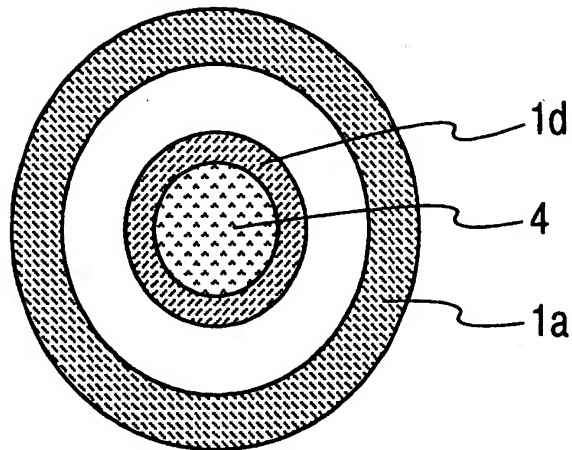
【書類名】 図面

【図1】

(a)

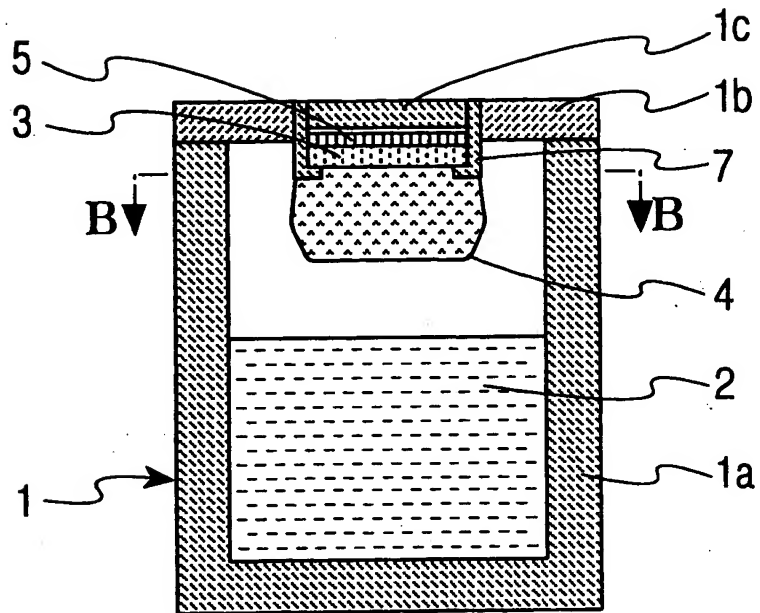


(b)

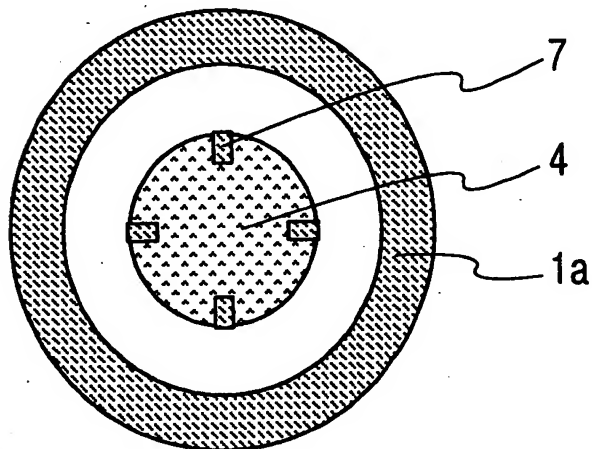


【図2】

(a)

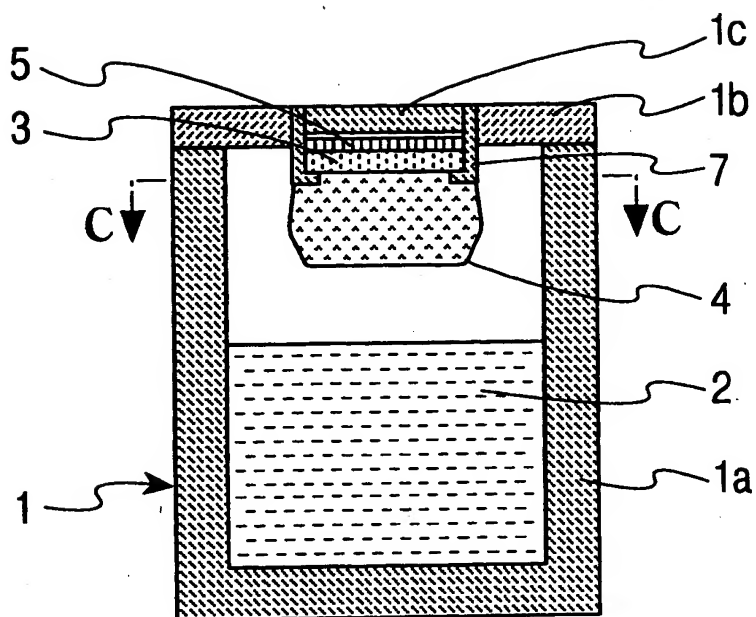


(b)

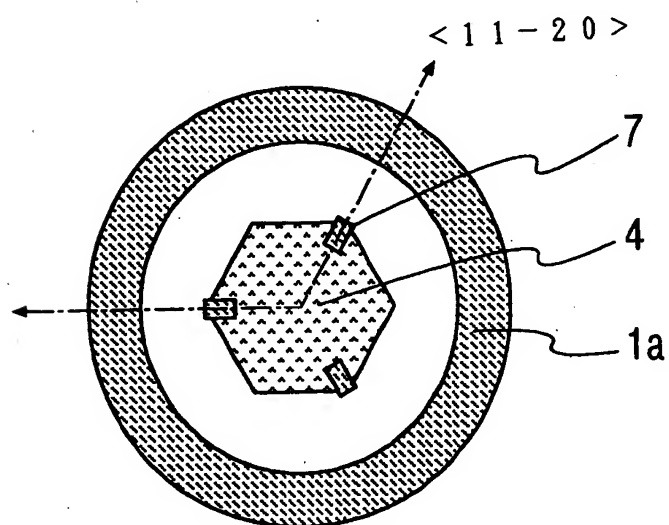


【図3】

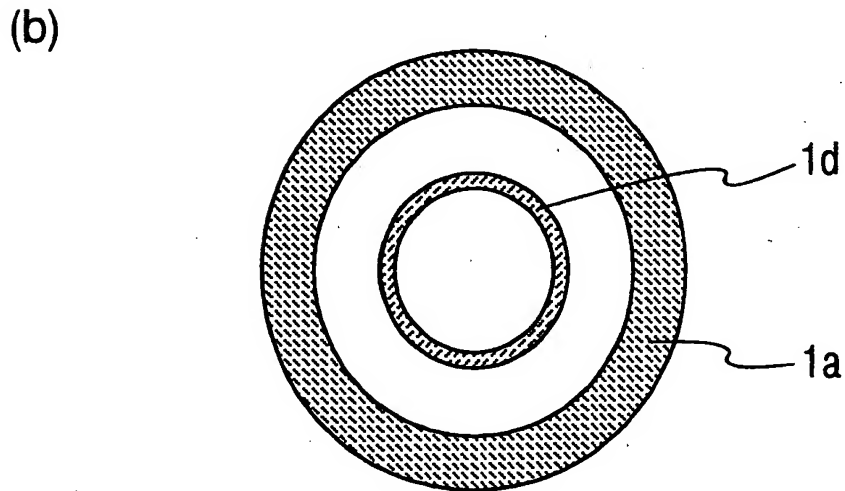
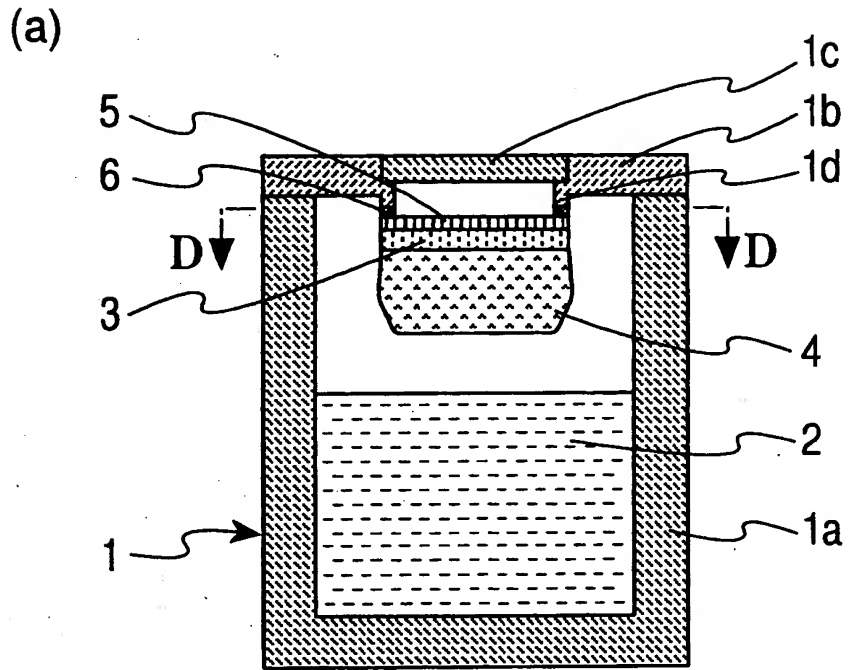
(a)



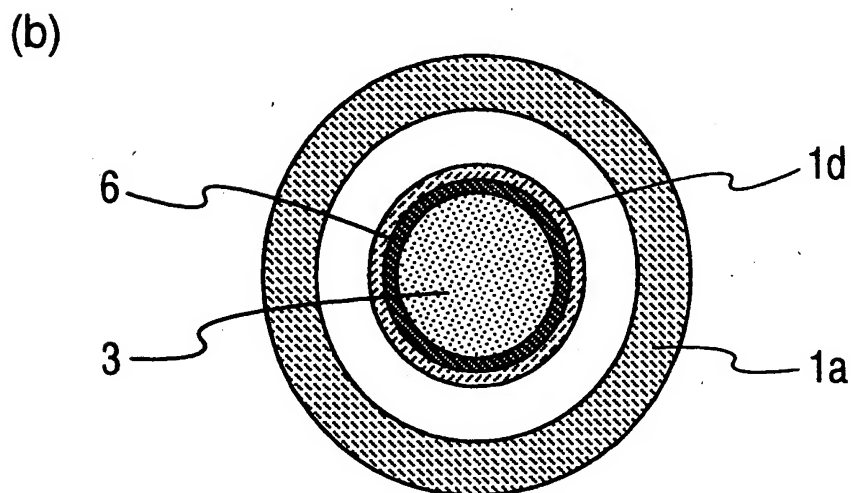
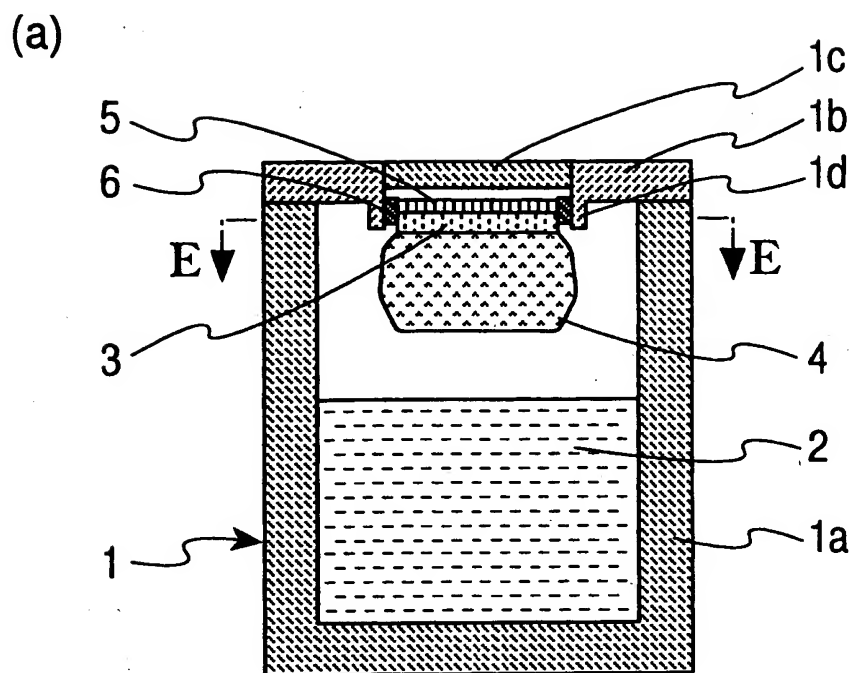
(b)



【図4】

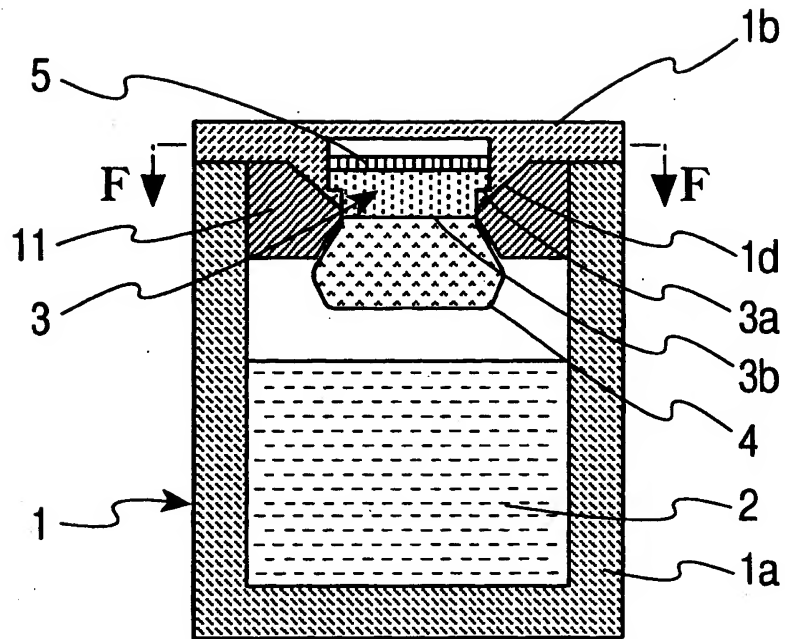


【図5】

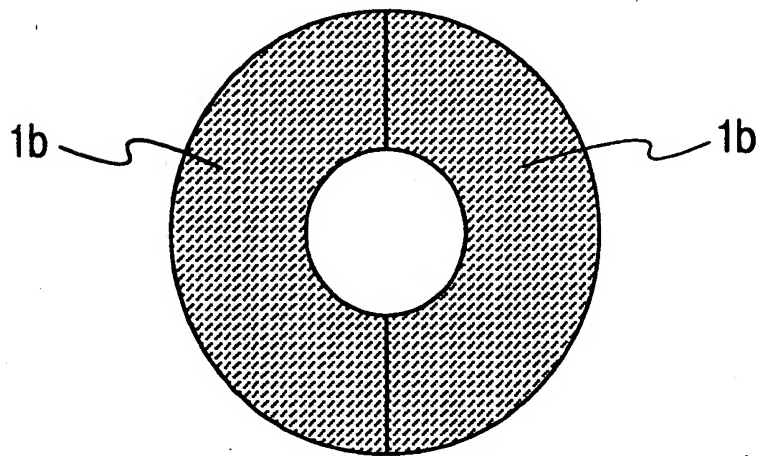


【図6】

(a)

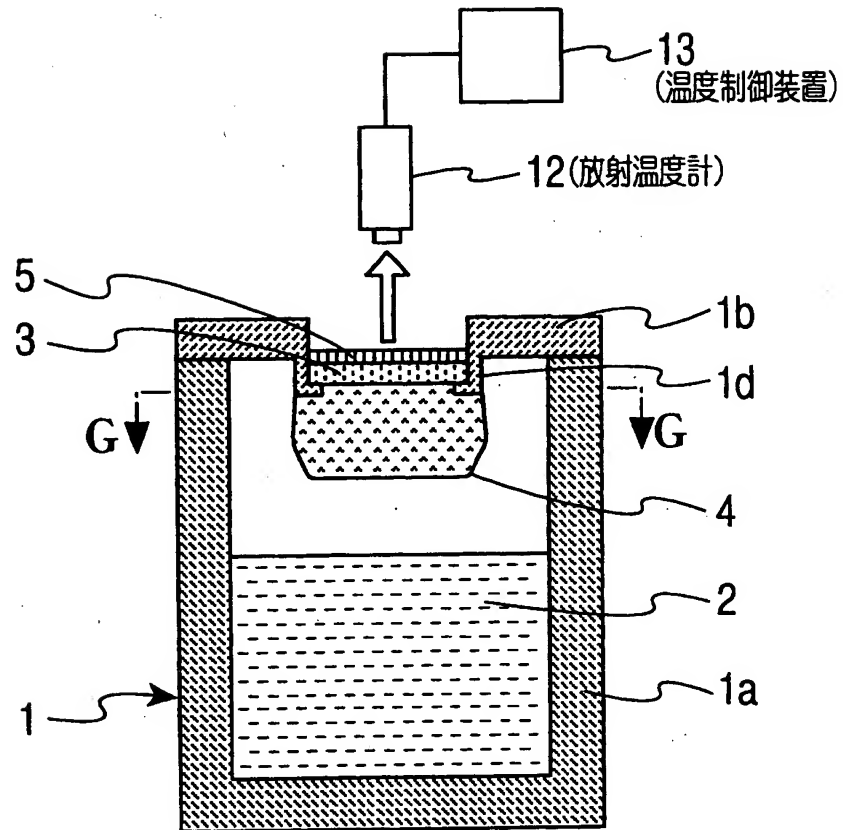


(b)

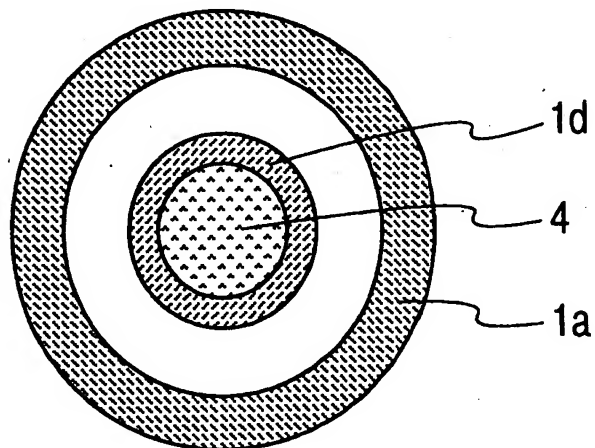


【図7】

(a)

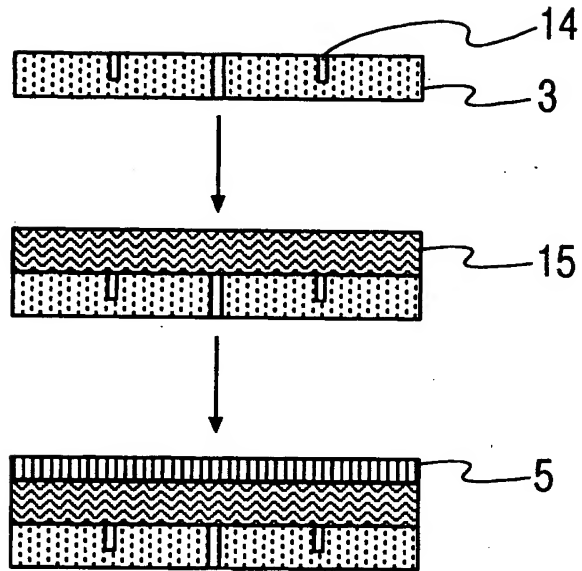


(b)

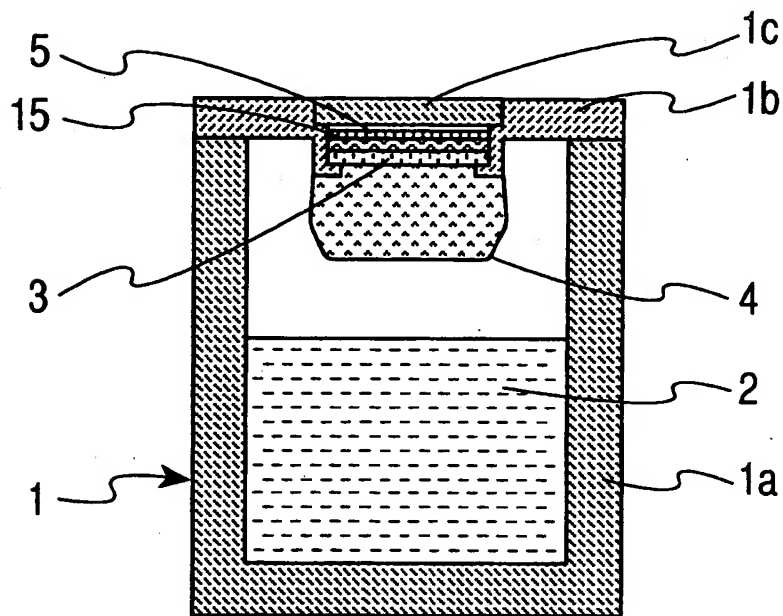


【図 8】

(a)

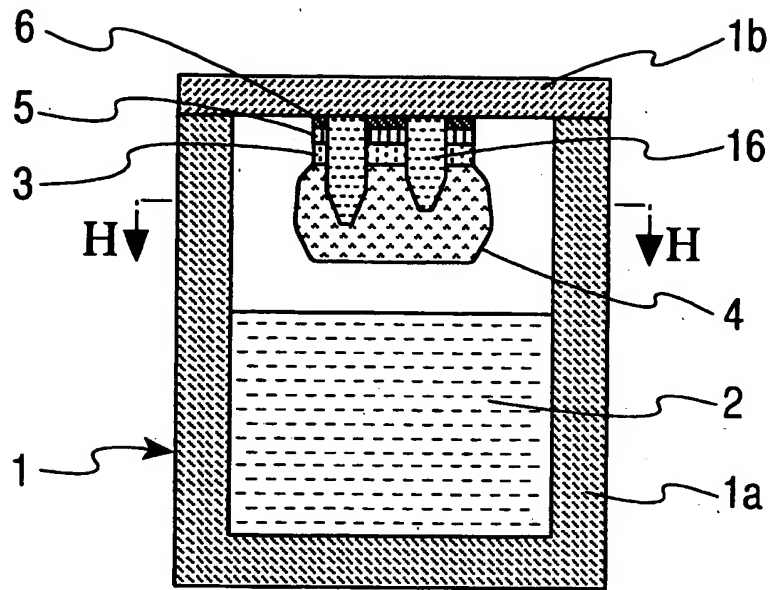


(b)

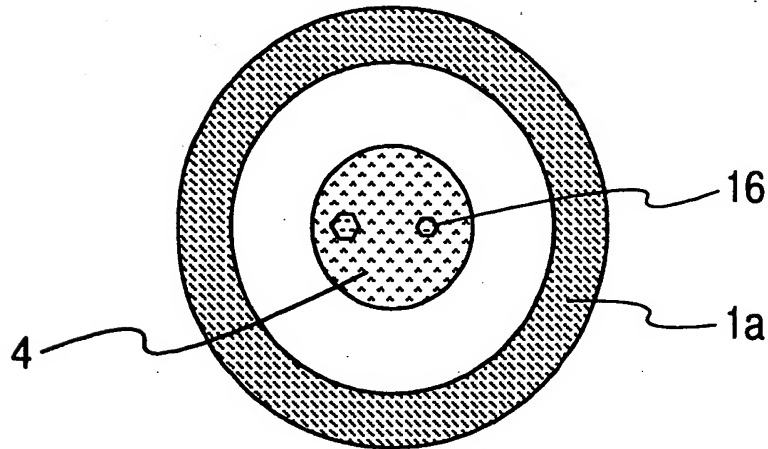


【図9】

(a)



(b)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 マクロ欠陥の発生を確実に抑制できるようにし、高品質、長尺のSiC単結晶が製造できるようにすることを目的とする。

【解決手段】 黒鉛製るつぼ1内にSiC原料粉末2とSiC種結晶3を配置し、SiC原料粉末2を加熱昇華させてSiC単結晶4を成長させる際に、SiC種結晶裏面に保護層5を設け、SiC種結晶3を容器るつぼ1に設けた保持部1dにより非接着で機械的に保持して、SiC種結晶3表面上にSiC単結晶4を成長させる。種結晶裏面の局所的な温度分布をなくし、保護層5の破損を抑制してマクロ欠陥の発生を抑制できる。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004260]

1. 変更年月日 1996年10月 8日
[変更理由] 名称変更
住 所 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地
氏 名 株式会社デンソー

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003609]

1. 変更年月日 1990年 9月 6日

[変更理由] 新規登録

住 所 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番地の1
氏 名 株式会社豊田中央研究所